

51

Int. Cl. 2:

C 03 C 27/02

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



126  
A  
J  
A  
DT 20 18 752 B 2

11

# Auslegeschrift 20 18 752

21

Aktenzeichen: P 20 18 752.4-45

22

Anmeldetag: 18. 4. 70

43

Offenlegungstag: 26. 11. 70

44

Bekanntmachungstag: 16. 12. 76

31

Unionspriorität:

22 33 31

21. 4. 69 Niederlande 6906150 25. 10. 69 Niederlande 6916130

54

Bezeichnung: Verfahren zum gasdichten Verbinden von Metall- mit Glasflächen

71

Anmelder: N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven (Niederlande)

74

Vertreter: Auer, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 2000 Hamburg

72

Erfinder: Klomp, Johannes Theodorus, Eindhoven (Niederlande)

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

CH 2 56 337

BEST AVAILABLE COPY

P 1344 DE

DT 20 18 752 B 2

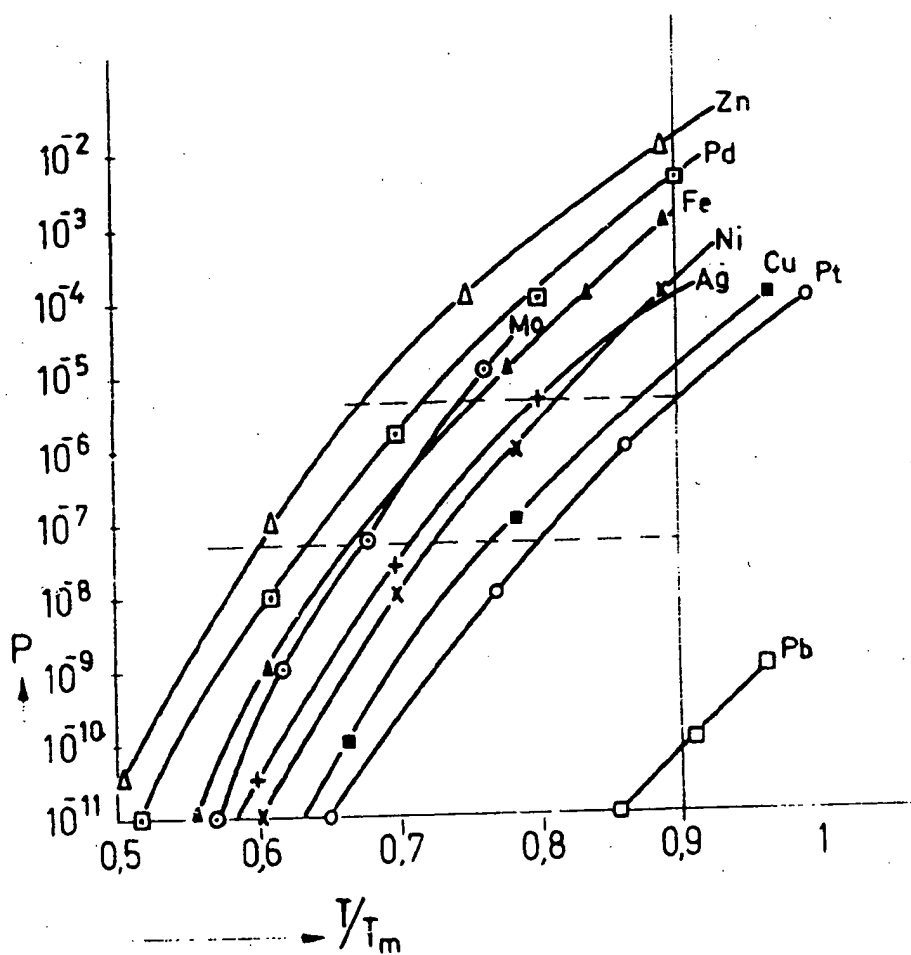


Fig.1

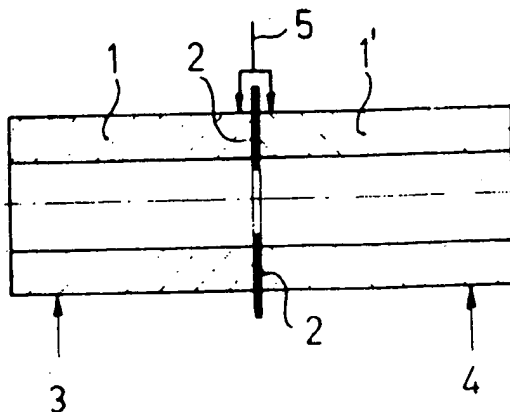


Fig.2

BEST AVAILABLE COPY

# Patentansprüche:

1. Verfahren zum gasdichten Verbinden von Metall mit Glasflächen, dadurch gekennzeichnet, daß die zu verbindenden Flächen gegeneinander gedrückt und auf eine Verbindungstemperatur erhitzt werden, die niedriger als die Erweichungstemperatur des Glases ist und die zwischen der Temperatur, bei der die Dampfspannung des Metalls gleich  $10^{-10}$  Torr ist, und der Schmelztemperatur des Metalls liegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Anwendung eines anderen Metalls als Aluminium die Verbindungstemperatur höchstens gleich dem 0,9fachen der Schmelztemperatur (in °C) des Metalls ist.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein Druck zwischen 5 und 150 kg/cm<sup>2</sup> angewendet wird, berechnet auf den Flächeninhalt der einander berührenden Schweißflächen.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung eines Metalls, dessen Schweißoberfläche nicht frei von Oxid ist, mindestens ein Druck von 50 kg/cm<sup>2</sup> ausgeübt wird.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine reduzierende oder inerte Atmosphäre verwendet wird.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum gasdichten Verbinden von Flächen aus Metall mit Glasflächen. Bei diesem Verfahren wird eine direkte Verbindung zwischen Metall und Glas erhalten, ohne daß eine Zwischenschicht aus einem anderen Material verwendet und ohne daß eines der beiden Materialien zum Schmelzen oder Erweichen gebracht wird.

Mehrere Verfahren zum gasdichten Verbinden von Metallgegenständen mit aus Isoliermaterial bestehenden Gegenständen sind bereits beschrieben. Bei diesen bekannten Verfahren wird häufig ein Hilfsmaterial verwendet, das zwischen den miteinander zu verbindenden Gegenständen eine Zwischenschicht bildet. Auch sind Verfahren bekannt, bei denen die Verbindung ohne Anwendung eines Hilfsmaterials erhalten wird; hierbei wird die Verbindung durch Erhitzung auf eine Temperatur hergestellt, bei der die Schweißfläche mindestens eines der beiden miteinander zu verbindenden Gegenstände zum Schmelzen oder Erweichen gebracht wird, wodurch die Schweißfläche des anderen Gegenstandes benetzt wird.

Im ersteren Falle ergibt sich oft der Nachteil, daß das Zwischenmaterial eine geringere Beständigkeit als die zusammensetzenden Teile z. B. gegen Dämpfe aufweist. Dies kann z. B. bei Verwendung in Natriumdampfentladungslampen der Fall sein.

Im zweiten Falle besteht der Nachteil, daß durch das Schmelzen oder Erweichen mindestens einer der Schweißflächen eine Verformung auftritt, die störend sein kann.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren, bei dem die den bekannten Verfahren anhaftenden Nachteile vermieden werden.

Es wurde nun gefunden, daß Metall und Glas direkt

gasdicht dadurch miteinander verbunden werden können, daß Gegenstände, deren Schweißflächen aus diesen Materialien bestehen, gegeneinander gedrückt werden, wonach sie unter Beibehaltung des Druckes auf eine Temperatur erhitzt werden, die niedriger als die Temperatur ist, bei der das Glas bzw. Metall zum Erweichen bzw. Schmelzen gebracht wird.

Der Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, daß die Dampfspannung des Metalls bei der Temperatur, auf die die miteinander zu verbindenden Schweißoberflächen zur Herstellung der Verbindung erhitzt werden (diese Temperatur wird nachstehend als Verbindungstemperatur bezeichnet) von wesentlicher Bedeutung ist. Bei der Verbindungstemperatur muß die Dampfspannung des Metalls höher als  $10^{-10}$  Torr sein.

Dies bedeutet u. a., daß Metalle, deren Dampfspannung beim Schmelzpunkt nicht höher als  $10^{-10}$  Torr ist, sich nicht zur Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens eignen. Zu diesen Metallen gehören Indium und Zinn.

Außerdem bedeutet es, daß die Verbindungstemperatur von Fall zu Fall derart gewählt werden muß, daß die Dampfspannung des betreffenden Metalls bei dieser Temperatur höher als  $10^{-10}$  Torr ist.

Der Druck, der bei dem Verfahren nach der Erfindung ausgeübt werden soll, ist nicht an enge Grenzen gebunden. Dieser Druck soll jedoch nicht niedriger als 5 kg/cm<sup>2</sup> und nicht größer als 150 kg/cm<sup>2</sup> sein, berechnet auf den Flächeninhalt der einander berührenden Schweißoberflächen.

Wenn die Schweißoberfläche des Metalls nicht frei von Oxid ist, ist es erwünscht, daß ein Druck von mindestens 50 kg/cm<sup>2</sup> angewandt wird. Dies hat sich aus Versuchen ergeben, bei denen als Metall Blei bzw. Zink verwendet wurde. Das Metall kann auch in Form eines Pulvers und in bestimmten Fällen in Form eines aus einem Oxid des Metalls bestehenden Pulvers verwendet werden. Im letzteren Falle wird das Verfahren in einer reduzierenden Atmosphäre durchgeführt. Bevor die eigentliche Verbindung hergestellt wird, wird in diesem Falle das Oxid zu Metall reduziert. Die Anwendung von Metalloxidpulver beschränkt sich auf diejenigen Oxide, bei denen die Temperatur, bei der die Reduktion stattfindet, niedriger als die Schmelztemperatur des Metalls ist. Beispiele sind Pt und Fe.

In diesem Sinne ist unter Metallgegenstand auch eine Metallpulverschicht und eine Schicht aus einem Pulver der vorerwähnten Metalloxide zu verstehen.

Die anzuwendende höchste Verbindungstemperatur wird stets unterhalb der Schmelztemperatur des Metalls und bei Verwendung eines anderen Metalls als Aluminium vorzugsweise unterhalb einer Temperatur gewählt, die gleich dem 0,9fachen der Schmelztemperatur (in °C) ist. Die Mindestverbindungstemperatur wird durch die Temperatur gegeben, bei der die Dampfspannung des betreffenden Metalls höher als  $10^{-10}$  Torr ist.

Zur Veranschaulichung zeigt Fig. 1 Dampfspannungskurven einer Anzahl von Metallen. Dabei gibt  $P$  die Dampfspannung in Torr und  $T/T_m$  das Verhältnis zwischen der Temperatur ( $T$ ), bei der die erwähnte Dampfspannung vorherrscht, und der Schmelztemperatur ( $T_m$ ) des Metalls an (beide in °K). Aus dieser Figur ist ersichtlich, daß Blei (Pb) gerade oberhalb des Verhältnisses  $T/T_m = 0,9$  eine Dampfspannung von  $10^{-10}$  Torr aufweist. Es eignet sich noch gerade zur Anwendung bei dem Verfahren nach der Erfindung. Zink erreicht für  $T/T_m = 0,5$  dagegen bereits einen Dampfdruck von  $10^{-10}$  Torr, was bedeutet, daß für Zink (Schmelzpunkt

419°C) die Mindestverbindungstemperatur etwa 85°C ist. Für die anderen Metalle, von denen die Dampfspannungskurven in Fig. 1 dargestellt sind, läßt sich auf entsprechende Weise die Mindestverbindungstemperatur finden.

Die in einem bestimmten Falle anzuwendende Verbindungstemperatur wird auch durch die Erweichungstemperatur des betreffenden Glases bestimmt. Die Verbindungstemperatur wird unterhalb der Temperatur gewählt, bei der das Glas — auch unter dem Einfluß des angewandten Druckes — beim Durchführen des Verfahrens verformt werden würde. Für ein hartes Glas kann daher eine höhere Verbindungstemperatur als für ein weiches Glas gewählt werden.

Zur Bestimmung der Festigkeit der unter Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellten Verbindungen wurden (siehe Fig. 2) runde Glasrohre 1 und 1' (Länge 50 mm, Innendurchmesser 6 mm, Außendurchmesser 10 mm) durch einen flachen Metallring 2 (Dicke 0,1 mm) miteinander verbunden. Nach der Herstellung der Verbindung wurde bei Zimmertemperatur die Bruchfestigkeit der Verbindung in einem

sogenannten 4-Punkt-Biegungsversuch bestimmt, bei dem das Gebilde an den Punkten 3 und 4 abgestützt und mit Hilfe einer Gabel 5 zu beiden Seiten der Verbindung ein Druck ausgeübt wurde, bis Bruch auftrat. Beispielsweise sind die Ergebnisse einiger Versuche in der folgenden Tabelle angegeben. Die Bruchfestigkeit  $B$ , d. h. die Biegebelastung bei Bruch, ist in  $\text{kg/mm}^2$  gegeben.

Auch ist in der Tabelle erwähnt, welche Materialien (Gläser und Metalle) verwendet wurden, welcher Druck  $P$  (in  $\text{kg/cm}^2$ ) bei der Herstellung der Verbindung ausgeübt wurde, die Temperatur  $T$  (in °C) die angewandt wurde, und die Dauer  $t$  (in Minuten) der Verbindungsbehandlung.

Die erhaltenen Verbindungen wurden auf Gasdichtigkeit geprüft. Sie waren alle völlig gasdicht.

Die Verbindungen wurden in einer Atmosphäre von Stickstoff oder eines Gemisches von Stickstoff und Wasserstoff (75:25) hergestellt. Eine solche Verbindung kann häufig auch in Luft hergestellt werden. Vorzugsweise wird in einer reduzierenden oder inerten Atmosphäre gearbeitet.

Tabelle

Glas — Metall — Glas	$P$	$T$	$t$	$B$
Quarz — Pt — Quarz	5	1280	5	4,0
Quarz — Pb — Quarz	55	295	2	2,5
Py — Pb — Py	60	295	2	1,8
G28 — Pb — G28	130	295	5	2,0
Kalkglas — Pb — Kalkglas	100	295	5	2,0
Bleiglas — Pb — Bleiglas	100	295	5	2,2
Bleiglas — Zn — Bleiglas	50	400	5	1,8
Bleiglas — Zn — Bleiglas	125	200	5	1,1
Quarz — Fe — Quarz	5	1100	2	4,0
Quarz — Al — Quarz	100	620	2	4,0

G28 ist ein Alkali-aluminoborosilikatglas.  
Py ist ein Borosilikatglas.

Das Verfahren nach der Erfindung kann z. B. zur Herstellung gasdichter Verbindungen in Elektronenröhren, z. B. mit Faseroptikplatten versehenen Elektronen-

röhren, Fernsehaufnahmeröhren und Gasentladungslampen, angewandt werden.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen